

ANALISIS KELUMIT

Djokowidodo
Badan Tenaga Atom Nasional/
Pusat Penelitian Nuklir Yogyakarta

The trace analysis method is developed to analyze specific samples and their elements. The small amount of samples or the very small concentrations of elements in very large matrices necessitates the use of this method. A dust free laboratory, equipped with a screened laminar air supplied chamber and highly purified water and chemicals, is required for trace analysis. The main problem is contamination from the surroundings, chemicals and equipment.

Key words : trace analysis, endemic goiter

Pendahuluan

Meningkatnya kesadaran untuk dapat menganalisis unsur kelumit di dalam sistem biologi, fisika dan kimia merupakan dorongan yang sangat kuat untuk mendapatkan metoda-metoda baku, dengan kendala utama adalah kandungan substansi yang sangat rendah serta kemungkinan terdapatnya sistem kompleks yang mengganggu serta menyulitkan dalam analisis. Kesemuanya itu menyebabkan dikembangkan secara khusus metodologi dan instrumentasi kimia sehingga tumbuhlah suatu bidang kimia analitik tersendiri, yaitu analisis kelumit (*Trace Analysis*). Dalam risalah ini disampaikan secara garis besar dasar-dasar analisis kelumit, terutama dalam bidang biologis dan lingkungan, yaitu suatu teknik analisis terpadu sehingga dapat diperoleh hasil analisis yang bisa dipertanggungjawabkan.

Konotasi atas istilah kelumit (*Trace*) beraneka ragam, tergantung dan disesuaikan dengan latar belakang bidang yang dikehendaki. Batasan secara pasti untuk kelumit tidak ada, tetapi secara umum dapat disebutkan bahwa batas tertinggi atau mikro adalah 100 bagian perjuta berat (ppm) dan untuk kandungan dalam perbiliun (ppb) sering disebut sebagai ultra kelumit.

Penajaman permasalahan sebagai suatu batasan atau definisi kurang bermanfaat, semuanya tergantung pada cuplikan yang akan dianalisis, teknik analisis dan metoda analisisnya. Karakteristik analisis kelumit merupakan gabungan antara analisis makro dan mikro. Ukuran cuplikan dan pekerjaan tahapan awal dalam analisis kelumit biasanya dilakukan seperti halnya pada analisis makro, untuk kemudian pada tahap akhir berlaku perlakuan-perlakuan analisis mikro, yaitu perlakuan-perlakuan untuk kandungan mikrogram dan nanogram.

Empat masalah yang harus dipertimbangkan dalam analisis kelumit adalah: penetapan secara langsung spesi kelumit di dalam cuplikan; prakonsentrasi dari kandungan mikro dengan cara membebaskan, membuang atau menghilangkan pengaruh matrik, agar diperoleh deteksi yang lebih tajam; mengembangkan dan mempelajari teknik penelitian untuk mengisolasi (melokalisasi) substansi yang konsentrasinya sangat kecil di dalam cuplikan dengan pengotor yang konsentrasinya jauh lebih besar; dan menetapkan spesi mayor dan minor di dalam cuplikan yang sangat kecil.

Setiap situasi, sesungguhnya merupakan suatu penetapan mikro, yang meliputi sejumlah material atau kandungan yang sangat mikro, oleh karena itu membutuhkan derajat kepekaan yang sangat tinggi. Kekhususan analisis kelumit adalah dalam hal prasarana, sarana laboratorium, bahan yang digunakan dan instrumen kimia.

Unsur-unsur Kelumit dalam Sistem Biologi

Untuk mengelompokkan unsur-unsur sebagai unsur kelumit atau non kelumit tidak mudah, tetapi secara umum unsur-unsur yang terdapat di dalam tanah adalah unsur kelumit, kecuali nitrogen, fosfor, kalium, karbon, oksigen, belerang, magnesium dan kalsium. Unsur-unsur kelumit esensial di dalam tumbuhan adalah: unsur-unsur mayor N, P, K, Mg, Ca dan S; unsur-unsur kelumit Fe, Cu, Zn, Mn, B, Na dan Cl; dan unsur-unsur ultra kelumit Co, Mo dan V. Sedangkan pada binatang unsur-unsur kelumit dikelompokkan unsur kelumit esensial Fe, I, Cu, Zn, Mn, Co, Mo dan Se; dan unsur kelumit kurang esensial F, Br, Ba dan Sr. Daur unsur kelumit dalam sistem biologi, umumnya dimulai dari soil - akar - air atau atmosfer yang menyelimuti tumbuhan dan binatang.

Problema analisis pertama yang dihadapi dalam mempelajari fungsi atau keesensialan unsur-unsur di dalam jaringan dan nutrisi adalah cara memilih bagian yang akan di analisis, sebab untuk jenis jaringan yang berbeda pada unsur yang sama, kandungan unsurnya bisa berbeda jumlahnya. Misalnya kandungan Mn di dalam hati manusia 1,68 ppm dan di dalam otot 0,09 ppm (berat basah). Kandungan unsur-unsur kelumit di dalam cuplikan jaringan ditentukan dengan cara mendestruksi matrik organik yang ada di dalam jaringan tersebut, yang dapat dilakukan dengan cara kering atau basah. Adanya lemak sangat menyulitkan dalam pengabuan maupun menggerus cuplikan. Seringkali lemak dihilangkan dengan mengekstraksi bahan organik tertentu. Umumnya kandungan unsur kelumit di dalam matrik utama adalah seperjuta bagian (ppm), perbillion bagian (ppb) atau lebih rendah lagi dan kandungan absolut unsur-unsur kelumit tersebut dalam mikrogram atau submikrogram. Matrik yang ada bisa berupa material anorganik, seperti air, larutan mineral, material organik dan biologi.

Prasarana

Analisis kelumit merupakan pekerjaan gabungan antara makro dan mikro. Kegiatan-kegiatan makro misalnya dalam pelarutan, dilakukan seperti kalau melarutkan cuplikan di dalam laboratorium preparasi dengan lemari asap, tetapi bahan yang digunakan harus bahan kimia dengan kemurnian tinggi, termasuk air. Apabila sudah dilakukan pengenceran untuk penetapan, harus di jaga dari kontaminasi udara maupun lainnya. Di dalam preparasi untuk analisis kelumit dibutuhkan prasarana Laboratorium Isolasi Debu (LID) yang dilengkapi dengan *Bench Laminar Flow*. LID atau ruang bersih adalah ruang yang dirancang secara khusus, sehingga terisolasi terhadap lingkungan dan udara luar. Kebutuhan udara segar dipenuhi dengan memasukkan udara dari luar yang sudah disaring secara khusus. Untuk preparasi cuplikan dilakukan di dalam kotak beraliran udara laminar yang sudah disaring dengan penyaring udara HEPA (*High Efficiency Particulate Air*), sehingga atmosfer udara di dalam kotak sangat bersih. Hal ini untuk menghindari terjadinya kontaminasi udara. Disamping prasarana LID,

preparasi cuplikan membutuhkan peralatan tambahan lainnya, yaitu lemari es untuk menyimpan cuplikan cairan agar tersimpan beku, sehingga tidak terjadi absorpsi oleh dinding wadah terhadap kandungan substansi yang terdapat di dalam cuplikan atau sebaliknya. Wadah yang ideal untuk menyimpan cuplikan tidak ada, dari gelas kurang baik karena pada suhu yang rendah, permukaan dinding yang semula licin akan menjadi retak karena terjadi perubahan susunan kristal. Bahan yang lebih baik dari gelas adalah polipropilena, tetapi yang terbaik adalah polietilena. Untuk preparasi sebaiknya digunakan peralatan dari gelas pirex, kuarsa atau teflon. Mengingat bahwa di dalam analisis kelumit, substansi yang terukur dalam orde ppm atau ppb, maka dibutuhkan alat ukur mikro yang cukup cermat, diantaranya timbangan analitik yang mampu menimbang lebih dari 4 desimal di belakang koma secara tepat dan menggunakan pipet-pipet mikro dalam μl .

Kontaminasi

Karena kandungan unsur yang ditetapkan sangat rendah, maka perlakuan dan bahan kimia yang diperlukan berkemurnian sangat tinggi. Atmosfer laboratorium berdebu yang banyak mengandung unsur-unsur metal dan non metal sangat mengganggu analisis kelumit. Udara merupakan sumber kontaminasi utama, karena mengandung debu yang berisi butiran sisilat, natrium klorida dan bermacam garam, bahan organik dan material lainnya. Bila ada angin kandungan debu di dalam atmosfer bisa berlipat sampai ratusan kali. Cara paling sederhana untuk mengurangi kontaminasi udara ialah dengan menutup wadah yang digunakan, atau mengalirkan udara yang tersaring atau kegiatan preparasi cuplikan dilakukan di dalam ruang khusus dengan kotak preparasi yang dibuat dari bahan yang sesuai dan dialiri dengan udara yang disaring. Bahan yang cocok untuk membuat kotak preparasi adalah plastik akrilik, polietilena atau bahan plastik lainnya. Beda hasil analisis bahan yang sangat murni di dalam kotak dengan udara tersaring dan di udara terbuka dapat dilihat pada Tabel 1. Dengan menggunakan filter khusus dapat diperoleh atmosfer udara dengan kandungan debu berukuran $> 0,5 \mu\text{m}$ kurang dari 100 butir per feet kubik.

Sumber kontaminasi udara yang kedua berasal dari operator sendiri; dan lainnya dari kelengkapan yang digunakan oleh analis. Misalnya uang logam, kacamata bergagang logam, bedak, salep, lotion, antiseptik, obat gosok, baju dan sepatu. Menggunakan masker, kancing baju plastik, sarung tangan PVC, serta jas lab dari sutera atau nilon sangat mengurangi timbulnya kontaminasi.

Untuk mengurangi kontaminasi udara dilakukan usaha berikut: laboratorium dirancang khusus, permukaan material dan sistem ventilasi merupakan bagian yang utama; penanganan secermat mungkin; semua pereaksi dan substansi yang dapat menimbulkan kontaminasi harus dikeluarkan dari laboratorium; tutup gelas piala dan wadah-wadah lain dengan kaca arloji; dan gunakan peralatan khusus untuk menguapkan dan mengeringkan cuplikan.

Tabel 1
Kontaminasi yang terjadi pada pengerjaan di laboratorium

Kontaminasi (ppm)				
	H ₂ O		HCL	
	Kotak udara tersaring	Udara terbuka	Kotak udara tersaring	Udara terbuka
Al	0,002	0,008	<0,004	0,02
Fe	0,0003	0,007	0,003	0,03
Ca	0,002	0,004	0,005	0,07
Cu	6×10^{-5}	6×10^{-4}	2×10^{-4}	2×10^{-3}
Mg	0,002	0,01	0,003	0,04
Pb	8×10^{-5}	8×10^{-4}	$<4 \times 10^{-4}$	1×10^{-3}
Cr	$<8 \times 10^{-5}$	3×10^{-4}	$<4 \times 10^{-4}$	7×10^{-4}

Kontaminasi dari peralatan bisa diperkecil dengan cara rutin membersihkan alat-alat yang dipakai. Dalam laboratorium kimia hampir segalanya merupakan penyebab kontaminasi, dinding, langit-langit, lantai, papan bangunan, cat, debu dan endapan lainnya. Semuanya merupakan penyedia kalsium dan unsur ringan serta unsur-unsur berat di dalam udara. Demikian juga dengan hasil korosi, pelat pemanas, oven, tungku dan peralatan logam lain.

Alat-alat gelas terbuat dari bahan borosilikat mempunyai daya tahan rendah terhadap bahan kimia. Yang lebih baik, pirex, yena, vycor dan kuarsa. Vycor dan kuarsa mempunyai daya tahan lebih baik terhadap bahan kimia dan tahan sampai suhu 900° C. Gelas kuarsa sangat cocok untuk digunakan dalam analisis kimia karena kandungan metalnya yang sangat rendah. Juga peralatan dari polietilena, polipropilena dan teflon serta bahan plastik lainnya. Polietilena sangat lentur, sehingga sesuai untuk labu ukur dan botol semprot. Teflon meskipun mahal tetapi banyak digunakan karena tahan sampai suhu 300° C. Digunakan untuk membuat piringan dan piala yang dimanfaatkan untuk penguapan dengan suhu diatas 100° C dan melakukan dekomposisi dengan menggunakan hidrogen fluorida. Kandungan beberapa unsur di dalam peralatan laboratorium dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2
Kandungan beberapa unsur kelumit di dalam peralatan laboratorium (ppm)

	Pyrex	Vycor	Kuarsa	Polietilena	Teflon
Ag	$<10^{-6}$	—	$<10^{-4}$	$<10^{-4}$	$<3 \times 10^{-4}$
Co	0,08	—	0,002	7×10^{-5}	0,002
Cr	—	—	0,200	0,08	$0,03^5$
Cu	—	—	2×10	0,07	$0,022^4$
Fe	280	—	—	10,40	10,600
Zn	0,73	—	0,200	0,30	0,009

Untuk mengurangi kontaminasi dari bahan kimia dibutuhkan bahan kimia yang mempunyai kemurnian sangat tinggi, untuk digunakan sebagai pereaksi. Air yang digunakan adalah air yang sudah disuling 2 sampai 3 tingkat dengan hati-hati. Bahan-bahan kimia harus yang bertingkat *supra pure*, agar tidak menyebabkan kontaminasi terhadap cuplikan yang dianalisis. Kandungan beberapa unsur di dalam air dapat dilihat pada Tabel 3 dan 4.

Tabel 3.
Kandungan logam berat di dalam air

	Kandungan unsur ($\mu\text{g/l}$)				
	Cu	Zn	Mn	Fe	Mo
Destilasi bahan Cu	10	2	1	2	2
Destilasi bahan pirex (sekali)	1	0,12	0,2	0,1	0,002
Destilasi bahan pirex (2 kali)	0,5	0,04	0,1	0,02	0,001
Destilasi bahan pirex (3 kali)	0,4	0,04	0,1	0,02	0,001

Tabel 4.
Kandungan beberapa unsur di dalam air destilasi yang diolah dengan resin penukar ion (Amberlite IR-100)

	Kandungan logam ($\mu\text{g/l}$)		
	Cu	Pb	Zn
Akuades	200	55	20
Lewat penukar ion (sekali)	3,5	1,5	<10
Lewat penukar ion (lima kali)	0,0	1,0	<10
Destilasi ulang (Pirex)	1,6	2,5	<10

Tabel 5.
Kandungan beberapa unsur dalam asam

Asam	Kandungan (µg/l)											
	Pb		Sn		Cd		Ag		Zn		Fe	
	RG	EP	RG	EP	RG	EP	RG	EP	RG	EP	RG	EP
HCl	0,5	0,07	0,07	0,05	0,03	0,02	0,05	0,03	2	0,02	20	3
HNO3	0,2	0,02	0,10	0,01	0,10	0,01	0,03	0,10	4	0,094	24	0,3
HClO4	2	0,20	0,30	0,30	0,10	0,05	0,10	0,10	7	0,10	330	2
HF	0,8	0,05	11	0,05	2	0,03	0,10	0,05	4	0,20	110	0,6

Apabila matrik yang ada tidak mengganggu dalam pengukuran, dan apabila kandungan unsur kelumit di dalam matrik cukup banyak untuk ditetapkan, matrik tersebut justru merupakan pendukung yang sesuai atau merupakan media yang cocok dalam penentuan unsur kelumit. Tetapi dalam banyak hal justru matrik merupakan penyulit utama dalam penetapan unsur-unsur kelumit. Kepekaan dan ketepatan pengukuran tidak bisa diperoleh dengan baik, dan seringkali tidak mungkin dilakukan apabila ada matrik. Untuk konsentrasi yang sama pada suatu unsur kelumit akan menimbulkan sinyal yang berbeda di dalam matrik yang berbeda. Karena itu standar yang digunakan dalam metoda instrumental umumnya merupakan tiruan yang hampir sama, baik sifat kimia maupun sifat fisika cuplikan yang akan ditentukan unsur kelumitnya. Preparasi standar dan cuplikan dalam analisis kelumit merupakan persoalan yang paling sulit, terutama untuk cuplikan padat yang kandungan unsur kelumitnya dalam ppb atau yang lebih rendah lagi. Kesulitan yang ditimbulkan oleh matrik dapat diatasi dengan cara pemisahan atau mengisolasi unsur kelumit dari matrik. Seringkali juga dilakukan pengurangan terhadap sejumlah matrik. Pemisahan yang dilakukan dalam analisis kelumit disebut **prekonsentrasi** atau **pengayaan** unsur kelumit. Sebagai contoh pada penentuan pengotor kelumit di dalam logam berkemurnian tinggi. Cuplikan dilarutkan di dalam asam, unsur matrik dipisahkan dan larutan encer unsur kelumit yang diinginkan ditetapkan kandungan kelumitnya. Matrik asli, yaitu logam diganti dengan matrik lain yaitu pelarut air, yang dalam penetapan unsur kelumit lebih mudah dan lebih baik dilakukan. Karena konsentrasi yang sangat rendah, maka selama pemisahan akan terjadi kehilangan yang cukup berarti pada unsur kelumit dan kehilangan pada saat pemisahan dapat dirunut secara radiokimia.

Dalam isolasi unsur kelumit diharapkan bisa terambil 100%, tetapi hal itu tidak mungkin bisa diperoleh. Untuk pengambilan 90% sudah merupakan penetapan yang baik. Apabila pengambilan berfluktuasi cukup besar dalam pengukuran, harus dilakukan pengenceran isotop. Tetapi sangat sulit diperoleh kepekaan atau ketepatan apabila pengambilan sangat rendah. Misal untuk kandungan kurang dari 10%. Untuk pemisahan nuklida radioaktif, ditambahkan sejumlah miligram (kadang-kadang mikrogram) isotop stabilnya untuk digunakan sebagai pengemban (*Carrier*) guna membantu pemisahan. Selama pengerjaan awal, yaitu pelarutan dan pemisahan berbagai substansi asing yang tidak diinginkan, termasuk unsur yang sejenis dengan unsur kelumit yang akan ditetapkan dan substansi pengganggu lainnya akan masuk ke dalam cuplikan yang datangnya dari berbagai sumber dan merupakan kendala utama dalam analisis kelumit. Kesulitan yang timbul karena kontaminasi sukar diduga secara pasti. Makin kecil konsentrasi unsur kelumit yang ditetapkan makin besar pengaruh kontaminasi dalam pengukuran. Oleh karena itu dalam analisis kelumit harus diusahakan pengurangan kontaminasi sebesar mungkin. Apabila konsentrasi unsur kelumit sangat rendah, jumlah pengganggu unsur-unsur kelumit lainnya di dalam cuplikan makin meningkat. Prosedur pemisahan unsur-unsur pengganggu makin kompleks dan menyulitkan.

Dalam memilih dan mengevaluasi metoda pemisahan dalam analisis kelumit, harus diperhatikan hal-hal berikut : metoda penetapan beserta pemisahannya; jumlah unsur kelumit yang akan ditetapkan, teknik unsur tunggal atau multi unsur; batas terendah konsentrasi unsur kelumit; ambilan unsur-unsur kelumit; kontaminasi; faktor

pemisahan; ukuran cuplikan; jumlah cuplikan; kekomplekan teknik; waktu yang dibutuhkan untuk pemisahan; dan petugas dan biaya.

Bahan dan Cara

Dibutuhkan instrumen kimia yang mempunyai kepekaan, kedapatulangan, kecermatan dan selektifitas yang tinggi. Secara berkala instrumen yang digunakan harus ditera keandalannya dengan standar pembandingan (*Reference Standard*) yaitu *Standard Reference Material* (SRM) yang bersertifikat. Dengan menggunakan SRM suatu instrumen harus dapat memberi hasil pengukuran lebih dari 90% terhadap nilai dalam sertifikat.

Untuk menghindari kemungkinan terjadinya peristiwa adsorpsi atau desorpsi, maka pengukuran selalu dilakukan pada standar dan cuplikan yang segar preparasi, yang harus disiapkan dan diukur pada saat itu. Pengukuran dilakukan tiga kali atau lebih untuk mengetahui kedapatulangan hasil. Apabila kedapatulangan rendah, harus dipelajari dan diperiksa kembali apakah ada kesalahan dalam metodologi, metoda maupun teknik pengukurannya. Untuk memilih tingkat kepercayaan pada pengujian instrumen seorang analis harus mengambil suatu keputusan, apakah akan menggunakan pernyataan konservatif, dengan risiko kesalahan kecil tetapi batas deteksi tinggi atau meningkatkan batas deteksi dengan risiko kesalahan lebih besar. Kepekaan, ketepatan, kecermatan, dan selektifitas, merupakan faktor yang amat penting dalam pemilihan metoda.

Metoda Analisis

Spektrofotometri adalah metoda analisis yang berdasarkan pada serapan radiasi berkas cahaya di daerah tampak dan lembayung ultra. Unsur atau senyawa bisa menyerap berkas cahaya dengan panjang gelombang tertentu, di daerah lembayung ultra atau di daerah tampak. Unsur atau senyawa berwarna umumnya akan menyerap berkas cahaya di daerah tampak. Unsur atau senyawa yang tidak menyerap cahaya di daerah tampak dapat diubah menjadi suatu senyawa lain yang berwarna cukup tajam, sehingga dapat dilakukan pengukuran di daerah tampak. Pengubahan menjadi senyawa baru yang mempunyai warna lebih tajam juga dimanfaatkan untuk mempertinggi kepekaan.

Banyaknya intensitas cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi substansi yang terdapat di dalam cuplikan. Sedangkan metoda fluorometri berdasarkan pada cahaya fluoresensi yang ditimbulkan oleh senyawa-senyawa fluoresen, yang dihasilkan oleh reaksi-reaksi khusus. Kedua metoda ini mampu menetapkan sampai tingkat ppm dan untuk beberapa unsur bisa sampai ketinggian ppb.

Spektroskopi emisi, berdasar pada emisi cahaya pada panjang gelombang yang karakteristik untuk setiap unsur. Apabila suatu unsur dipanaskan pada suhu yang cukup tinggi, maka akan memancarkan cahaya secara diskrit dan berupa satuan garis-garis spektra. Dengan menggunakan prisma atau kisi, berkas cahaya yang diemisikan akan didefraksi dan dipisahkan sesuai dengan panjang gelombang masing-masing. Dengan membatasi berkas cahaya yang masuk dengan menggunakan celah, serangkaian garis akan tampak pada pelat fotografi. Pengukuran secara spektrofotografi emisi, merupakan

cara penetapan serentak, artinya sejumlah unsur bisa ditetapkan bersama-sama sekaligus dengan standar yang digunakan. Garis-garis spektra yang digambar pada pelat fotografi dibaca dengan alat densitometer, dengan menggunakan standar, kandungan unsur atau unsur-unsur di dalam cuplikan dapat ditetapkan.

Pada metoda nyala emisi dan serapan atom, apabila suatu larutan garam logam disemprotkan ke dalam nyala, maka pelarutnya akan menguap dan tersisa garamnya. Oleh panas nyala, garam yang tersisa tersebut akan mengalami dekomposisi dan teruapkan dengan menghasilkan atom-atom atau molekul-molekul yang lebih sederhana. Sebagian dari atom-atom tersebut akan mengalami eksitasi dan kemudian kembali ke keadaan dasar sambil memancarkan energi radiasi yang karakteristik bagi setiap unsur. Pengukuran spektra emisi yang dihasilkan oleh unsur-unsur tersebut merupakan dasar fotometri nyala. Nyala merupakan bagian yang sangat penting karena harus mempunyai temperatur yang cukup tinggi, agar bisa menghasilkan atom sebanyak mungkin yang tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi, dengan demikian bisa menghasilkan emisi yang cukup kuat. Sama halnya dengan fotometri nyala, pada absorpsi atom juga dibutuhkan energi termal untuk mendekomposisi senyawa menjadi atom-atom netral. Tetapi dalam hal ini yang diharapkan adalah terjadinya atom-atom yang tak terionisasi dan tidak berikatan, yang mampu mengabsorpsi radiasi. Atom-atom yang dalam keadaan dasar akan mengabsorpsi radiasi dengan frekuensi tertentu dari suatu sumber cahaya. Sebagai sumber frekuensi radiasi digunakan lampu Katoda Rongga, yang menghasilkan radiasi karakteristik bagi setiap unsur.

Batas deteksi untuk kedua metoda pengukuran tersebut cukup rendah, dalam tingkat nanogram. Kedua metoda pengukuran tersebut kecuali mempunyai batas deteksi yang cukup rendah, juga mempunyai selektivitas yang baik, sehingga gangguan matrik lebih mudah dihindari. Biasanya fotometri nyala dan absorpsi atom digabung dengan satu alat yang dinamakan spektrofotometri nyala atom atau AAS (*Absorption Atomic Spectrophotometry*).

Metoda Pendar Sinar X (*X-Ray Fluorescence*) ini berdasarkan pada tereksitasinya elektron pada kulit di bagian dalam. Untuk mengeksitasi elektron pada kulit di bagian dalam dibutuhkan energi yang cukup kuat. Biasanya yang dieksitasi adalah elektron-elektron yang terdapat di kulit K atau L. Elektron yang tereksitasi akan kembali ke keadaan dasar sambil memancarkan kelebihan energi dalam bentuk sinar γ dengan frekuensi yang karakteristik untuk setiap unsur. Intensitas sinar X yang dipancarkan sebanding dengan konsentrasi unsur yang bersangkutan. Intensitas sinar yang dipancarkan diukur sebagai cacah per detik, sedangkan frekuensi dinyatakan sebagai saluran.

Untuk keperluan analisis sinar X dapat diperoleh dengan tiga macam cara, yaitu (1) penembakan sasaran dengan menggunakan berkas elektron berenergi tinggi; (2) menyinari sasaran dengan berkas sinar X primer, agar sasaran tersebut dapat memancarkan sinar X sekunder; dan (3) dengan menggunakan sumber radioaktif. Analisis secara pendar sinar X, termasuk metoda analisis non destruktif dan bersifat multi unsur, mudah dan cepat. Untuk meningkatkan batas deteksi, dilakukan dengan cara mengekstraksi untuk mengisolasi unsur-unsur yang diminati.

Metoda Pengaktifan Neutron (APN) untuk unsur-unsur dengan kandungan lebih rendah dari 0,1 ppm, penetapan secara APN merupakan cara yang sangat cepat dan multi elemen. Metoda ini bukan merupakan metoda non destruktif dan dapat

digunakan untuk penetapan unsur-unsur di dalam cuplikan dengan komposisi yang sangat kompleks. Namun tidak selamanya penetapan dilakukan secara langsung. Ada juga matrik yang mengganggu dalam penetapan. Untuk menanggulangi matrik ini dapat dilakukan dengan cara pemisahan. Apabila pemisahan dilakukan setelah iradiasi, maka gangguan matrik bisa lebih mudah dihindarkan. Dalam metoda ini unsur-unsur di dalam cuplikan diiradiasi dengan menggunakan neutron termal. Akibat radiasi ini, unsur-unsur akan menjadi isotop radioaktif yang akan meluruh sambil melepaskan sinar γ . Setiap unsur mempunyai pancaran sinar γ yang karakteristik. Dengan mengukur (mencacah) pancaran γ ini dapat ditetapkan kandungan unsur-unsur di dalam cuplikan.

Diantaranya yang banyak digunakan adalah secara polarografi, potensiometri, dan amperometri. Semuanya berdasarkan arus listrik yang timbul yang berkaitan dengan unsur yang dianalisis pada perubahan potensial tertentu. Sehingga biasa disebut juga sebagai metoda voltametri. Polarografi dapat dikembangkan sehingga mempunyai batas deteksi yang cukup rendah bisa sampai tingkat ppb bahkan ppt. Sedangkan potensiometri disamping mempunyai kemampuan sehingga batas deteksinya rendah juga dapat digunakan untuk penetapan secara selektif ion-ion seperti Iodine, fluorida, tiosianat dan sianida.

Tabel berikut menunjukkan batas deteksi beberapa unsur dengan berbagai metoda analisis

Batas deteksi absolut dalam nanogram

Unsur	Metoda				
	Spekto-fotometri	Fluore-sensi	AAS	Aktivasi Neutron	Spekto-grafi Emisi
Ag	5		1	0,01	8
Al	0,5	0,5	100	1	30
As	10		100	100	600
Au	5		5	0,05	100
Ba	100		30	5	4
Bi	600		8	50	4
Br	10			0,5	
Ca	100	3	1	100	5
Cd	3	2000	0,3	5	100

Batas deteksi absolut dalam nanogram (lanjutan)

Unsur	Metoda				
	Spektro-fotometri	Fluore-sensi	AAS	Aktivasi Netron	Spektro-grafi Emisi
Ce	40			10	100
Cl	100			1	
Co	3	20	2	0,5	100
Cr	7		2	100	80
Fe	200	20	3	0,5	30
Hg	5		30	1	100
I	10			0,5	
K	200		0,3	5	100
Li	3	200	0,2		8
Mg	2	0,2	0,1	50	8
Mn	5		0,5	0,005	10
Na	8.000		0,4	0,5	10
P	100			50	1.000
Pb	6		4	1.000	10
Pt	10		20	5	300
Sb	4		10	0,5	100
Si	100	80	6.000	5	30
Sn	60	100	100	50	10
Sr	10		2	0,5	100
U	300	0,1		0,5	4.000
Zn	100	1.000	0,3	10	300

Kesimpulan

Metoda analisis kelumit adalah metoda analisis yang dikembangkan secara khusus, karena kekhususan cuplikan yang dianalisis, maupun kandungan unsurnya. Untuk analisis kelumit dibutuhkan Laboratorium Isolasi Debu yang dilengkapi dengan kotak beraliran udara laminar dan bahan kimia dengan kemurnian yang sangat tinggi. Masalah utama dalam analisis kelumit adalah adanya kontaminasi dari udara dan bahan kimia yang digunakan.

Kepustakaan

- George, H., & Morrison 1965 *Trace Analysis*. Interscience Publisher, New York, USA.
- George, H., & Morrison 1965 *Trace Analysis Physical Methods*. Interscience Publishers, New York, USA.
- Hebert, A., Laitinen, & Walter, E.H. 1975 *Chemical Analysis*. (2nd ed.). McGraw-Hill Book Co., USA.
- Douglas, A.S., & Donald, M.W. 1981 *Principles of Instrumental Analysis*. (2nd ed.). Holt-Sounders, Yapan Ltd., Tokyo.
- Sandell, E.B., & Hiroshi 1978 *Photometric Determination of Traces of Metals General Aspect*. (4th ed.). John Wiley & Sons, Inc., New York.